

## IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re the Application of

Yasuo MATSUMURA et al.

Application No.: 09/884,090

Filed: June 20, 2001

Group Art Unit: 2877

Docket No.: 109890

For: TONER FOR DEVELOPING ELECTROSTATIC IMAGE, PROCESS FOR  
PRODUCING TONER FOR DEVELOPING ELECTROSTATIC IMAGE, DEVELOPER  
FOR DEVELOPING ELECTROSTATIC IMAGE, AND PROCESS FOR FORMING  
IMAGE

CLAIM FOR PRIORITY

Director of the U.S. Patent and Trademark Office  
Washington, D.C. 20231

Sir:

The benefit of the filing date of the following prior foreign application filed in the following foreign country is hereby requested for the above-identified patent application and the priority provided in 35 U.S.C. §119 is hereby claimed:

Japanese Patent Application No. 2000-268679 filed September 5, 2000.

In support of this claim, a certified copy of said original foreign application:

  X   is filed herewith.

           was filed on            in Parent Application No.            filed           .

           will be filed at a later date.

It is requested that the file of this application be marked to indicate that the requirements of 35 U.S.C. §119 have been fulfilled and that the Patent and Trademark Office kindly acknowledge receipt of this document.

Respectfully submitted,



James A. Oliff

Registration No. 27,075

Thomas J. Pardini

Registration No. 30,411

JAO:TJP/kaf

Date: September 18, 2001

OLIFF & BERRIDGE, PLC  
P.O. Box 19928  
Alexandria, Virginia 22320  
Telephone: (703) 836-6400

DEPOSIT ACCOUNT USE  
AUTHORIZATION

Please grant any extension  
necessary for entry;

Charge any fee due to our  
Deposit Account No. 15-0461



日本国特許庁  
PATENT OFFICE  
JAPANESE GOVERNMENT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日

Date of Application:

2000年 9月 5日

出願番号

Application Number:

特願2000-268679

出願人

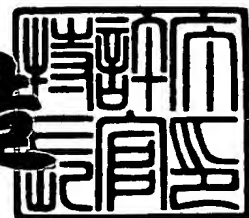
Applicant (s):

富士ゼロックス株式会社

2001年 3月 9日

特許庁長官  
Commissioner,  
Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2001-3016093

【書類名】 特許願

【整理番号】 FE0000773

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 G03G 9/08

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県南足柄市竹松 1 6 0 0 番地 富士ゼロックス株式会社内

【氏名】 松村 保雄

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県南足柄市竹松 1 6 0 0 番地 富士ゼロックス株式会社内

【氏名】 石山 孝雄

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県南足柄市竹松 1 6 0 0 番地 富士ゼロックス株式会社内

【氏名】 高野 洋

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県南足柄市竹松 1 6 0 0 番地 富士ゼロックス株式会社内

【氏名】 諏訪部 正明

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県南足柄市竹松 1 6 0 0 番地 富士ゼロックス株式会社内

【氏名】 佐藤 修二

【特許出願人】

【識別番号】 000005496

【氏名又は名称】 富士ゼロックス株式会社

【電話番号】 0462(38)8516

【代理人】

【識別番号】 100072844

【弁理士】

【氏名又は名称】 萩原 亮一

【電話番号】 03(3585)3655

【選任した代理人】

【識別番号】 100092004

【弁理士】

【氏名又は名称】 安西 篤夫

【選任した代理人】

【識別番号】 100071799

【弁理士】

【氏名又は名称】 内田 明

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 051507

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9006621

【包括委任状番号】 9006622

【包括委任状番号】 9006623

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 静電荷像現像用トナー、静電荷像現像用トナーの製造方法、静電荷像現像用現像剤及び画像形成方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 少なくとも樹脂、着色剤及び離型剤を含有する静電荷像現像用トナーにおいて、トナー表面に高さ 0.05～2  $\mu$ m の突起を有し、少なくとも一部の該突起は離型剤を内包し、かつ X 線光電子分光法で定量したトナー表面元素中、離型剤に起因する元素比率が 10 原子% 以下であることを特徴とする静電荷像現像用トナー。

【請求項 2】 前記突起は、針状離型剤により形成されてなることを特徴とする請求項 1 記載の静電荷像現像用トナー。

【請求項 3】 少なくとも樹脂粒子分散液、着色剤分散液及び離型剤分散液を混合し凝集させて凝集粒子分散液を調製した後、加熱して前記樹脂粒子を溶融してトナー粒子を形成する静電荷像現像用トナーの製造方法において、トナー表面に向けて離型剤粒子を移行させて前記突起を形成することを特徴とする請求項 1 又は 2 記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項 4】 トナーとキャリアからなる静電荷像現像剤において、前記トナーとして請求項 1 又は 2 記載の静電荷像現像用トナーを使用したことを特徴とする静電荷像現像剤。

【請求項 5】 静電潜像担持体上に静電潜像を形成する工程、現像剤担持体上の現像剤で前記静電潜像を現像してトナー画像を形成する工程、前記トナー画像を転写体上に転写する工程、及び転写体上のトナー画像を定着する工程を有する画像形成方法において、請求項 4 記載の静電荷像現像剤を使用することを特徴とする画像形成方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、電子写真法又は静電記録法等により形成される静電潜像を現像剤で現像するときに用いる静電荷像現像用トナー、その製造方法、静電荷像現像剤及

び画像形成方法に関する。

【 0 0 0 2 】

【従来の技術】

電子写真法など静電潜像を経て画像情報を可視化する方法は、現在様々な分野で利用されている。電子写真法においては、帯電、露光工程により感光体上に静電潜像を形成し、トナーを含む現像剤で静電潜像を現像し、転写、定着工程を経て可視化される。ここで用いられる現像剤には、トナーとキャリアからなる2成分現像剤と、磁性トナー又は非磁性トナーを単独で用いる1成分現像剤とがある。一般にトナーの製法は熱可塑性樹脂を顔料、帯電制御剤、ワックスなどの離型剤とともに熔融混練し、冷却後、微粉碎し、さらに分級する混練粉碎法が使用されている。これらトナーには、必要に応じて流動性やクリーニング性を改善するための無機、有機の微粒子をトナー粒子表面に添加することもある。

【 0 0 0 3 】

近年カラー電子写真法の普及が著しいが、カラー画像は適度な光沢と透明性、即ちOHP画像を得るための優れた透明性を実現するために、ワックスなどの離型剤を用いることは一般的に困難である。このため、剥離補助のために定着ロールに多量のオイルを付与すると、OHPを含む複写画像のべたつき感や、ペンなどによる画像への追記が困難になることが多い。通常、白黒コピーに使用されるポリエチレン、ポリプロピレン、パラフィンなどのワックスは、透明性を損なうためにOHP等に使用することは困難である。

【 0 0 0 4 】

また、透明性を犠牲にしたとしても、従来の混練粉碎法で製造したトナーは、トナー表面への離型剤の露出を防止できるので、現像剤として使用する際、著しい流動性の悪化や、現像機、感光体へのフィルミングなどの問題を招く。

【 0 0 0 5 】

これらの問題の根本的な改善方法として、樹脂の原料となる単量体と着色剤からなる油相を水相中に分散し、直接重合してトナー粒子を製造する、離型剤をトナー内部に内包して表面への露出を防止する方法が提案されている。

【 0 0 0 6 】

また、トナー形状や表面構造を目的に沿って制御できるトナーの製造方法としては、特開昭63-282752号公報や特開平6-250439号公報に乳化重合凝集溶融法が提案されている。これらは、乳化重合などにより樹脂粒子分散液を作成し、また溶媒に着色剤を分散した着色剤分散液を作成し、両者を混合してトナー粒径に相当する凝集体を形成し、加熱して樹脂粒子を溶融し凝集体を一体化する方法である。

## 【0007】

このような電子写真プロセスにおいて、トナーは様々な機械的ストレスを受けながら安定した性能を維持するには、トナー表面への離型剤の露出を防止したり、トナーの表面硬度を高めたり、表面平滑性を高めることが必要となる。

また、離型剤は、定着ロールにオイルが付与される場合や、トナー表面への外添剤が多量に添加される場合でも安定した剥離性能を発揮させるためには、トナー表面への離型剤の露出は少なくするが、定着時には離型性能を一層発揮させるために、トナー表面近傍に離型剤を存在させることが望ましい。

## 【0008】

また、近年における重要な課題としてカラー電子写真プロセスにおける消費電力の問題がある。カラー画像は、高濃度部においてシアン、マゼンタ、イエロの3層よりなるため、白黒画像よりもトナー層高が高くなり、これを定着するのに必要な電力は大きくなる。そして、カラー電子写真プロセスの普及にともない定着消費電力の増大がプロセス速度の制約条件になってきている。

## 【0009】

このため、より低温で定着可能なカラートナーが必要となってきたが、単純に結着樹脂の分子量を下げたり、ガラス転移温度を下げる方法では、高温オフセットや定着後の画像保存性（ドキュメントの積層、又は冊子の高温放置時のドキュメント間の接着現象など）などの問題が発生する。

また、高温オフセットを回避するために、比較的低融点のワックスを大量に使用したり、結着樹脂のガラス転移点を低くすると、複写機で定着されたドキュメントを原稿として自動原稿送り装置などにかけたときに、原稿台からの熱と自動原稿送り装置による摩擦によって原稿台にトナー画像の一部が付着して原稿台汚

染の原因となっている。

【 0 0 1 0 】

【発明が解決しようとする課題】

したがって、カラートナーに最適なワックスを最小量で最適な構造で添加制御することが、この問題を解決する上で極めて重要なことになる。

本発明は、上記の問題点を解消し、以下の特徴を有する静電荷像現像用トナー及びその製造方法、静電荷像現像剤、及び画像の形成方法を提供しようとするものである。

- (1) 定着ロールへのオイル付与を行わなくても、定着時に安定な剥離性を示すトナーを提供すること。
- (2) 流動性、転写性を向上させる外添剤が付与された状態でも、安定な剥離性を示すトナーを提供すること。
- (3) 最低定着温度が低く、かつ、高温オフセットの防止や画像保存性が良好であるトナーを提供すること。
- (4) トナーの流動性が高く、かつ転写性能が良好で、高画質を実現するトナーを提供すること。
- (5) 帯電維持性が良好で、感光体の汚染などを発生しない、高信頼性を有する現像剤を提供すること。
- (6) 前記トナーを安定して製造する方法を提供すること。
- (7) 前記トナーを用いることにより、精細な高画質の画像を長期に渡り形成可能にした画像形成方法を提供すること。

【 0 0 1 1 】

【課題を解決するための手段】

本発明は、下記の構成を採用することにより、上記の課題の解決に成功した。

- (1) 少なくとも樹脂、着色剤及び離型剤を含有する静電荷像現像用トナーにおいて、トナー表面に高さ 0.05～2  $\mu\text{m}$ 、好ましくは 0.1～1  $\mu\text{m}$  の範囲の突起を有し、少なくとも一部の該突起は離型剤を内包し、かつ X 線光電子分光法で定量したトナー表面元素中、離型剤に起因する元素比率が 10 原子%以下であることを特徴とする静電荷像現像用トナー。



(2) 前記特記の高さが  $0.05 \sim 2 \mu\text{m}$  の範囲にあり、かつ前記離型剤に起因する元素比率が  $0.1 \sim 10$  原子% の範囲にあることを特徴とする前記(1) 記載の静電荷像現像用トナー。

(3) 前記突起に内包されている離型剤は、針状であることを特徴とする前記(1) 又は(2) 記載の静電荷像現像用トナー。

【 0 0 1 2 】

(4) 外添剤を付与していない状態のトナー粒子は、下記式で表される表面性指標値が  $2.0$  以下、好ましくは  $1.0 \sim 1.8$  の範囲にあること特徴とする前記(1) ～(3) のいずれか 1 つに記載の静電荷像現像用トナー

$$(\text{表面性指標値}) = (\text{比表面積実測値}) / (\text{比表面積計算値})$$

$$(\text{比表面積計算値}) = 6 \sum (n \times R^2) / \{ \rho \times \sum (n \times R^3) \}$$

(式中、 $n$  = コールターカウンターにおけるチャンネル内の粒子数、 $R$  = コールターカウンターにおけるチャンネル粒径、 $\rho$  = トナー密度)

【 0 0 1 3 】

(5) 前記トナー粒子表面に外添剤を添加してなる静電荷像現像用トナーにおいて、粒子径  $0.2 \mu\text{m}$  以下の外添剤を、トナー  $100$  重量部に対して  $1 \sim 3$  重量部添加したことを特徴とする前記(1) ～(3) のいずれか 1 つに記載の静電荷像現像用トナー。

(6) 前記トナーの体積平均粒径 ( $D_{50}$ ) が  $2 \sim 10 \mu\text{m}$ 、好ましくは  $3 \sim 8 \mu\text{m}$  の範囲にあることを特徴とする前記(1) ～(5) のいずれか 1 つに記載の静電荷像現像用トナー。

【 0 0 1 4 】

(7) 前記トナーが下記式で表される形状係数  $S F 1$  が  $100 \sim 140$ 、好ましくは  $100 \sim 135$  の範囲にあることを特徴とする前記(1) ～(5) のいずれか 1 つに記載の静電荷像現像用トナー。

$$S F 1 = (M L^2 / A) \times (\pi / 4) \times 100$$

(式中、 $M L$  はトナー粒子の絶対最大長、 $A$  はトナー粒子の投影面積)

【 0 0 1 5 】

(8) 前記トナーは、下記式で表される体積平均粒度分布指標  $G S D v$  が  $1.2$

5 以下、好ましくは 1. 2 3 以下であることを特徴とする前記(1) ～(7) のいずれか 1 つに記載の静電荷像現像用トナー。

$$GSD_v = (D_{84v} / D_{16v})^{0.5}$$

(式中、 $D_{84v}$  = 体積累積粒子分布が 8 4 % になる粒径 ( $\mu m$ )、 $D_{16v}$  = 体積累積粒子分布が 1 6 % になる粒径 ( $\mu m$ ))

【0 0 1 6】

(9) 前記離型剤が、ポリエチレンワックス、パラフィンワックス、フィッシャートロブシュワックス及び窒素含有ワックスの群から選択された 1 種以上のものであることを特徴とする前記(1) ～(8) のいずれか 1 つに記載の静電荷像現像用トナー。

【0 0 1 7】

(10) 少なくとも樹脂粒子分散液、着色剤分散液及び離型剤分散液を混合し凝集させて凝集粒子分散液を調製した後、加熱して前記樹脂粒子を溶融してトナー粒子を形成する静電荷像現像用トナーの製造方法において、トナー表面に向けて離型剤粒子を移行させて前記突起を形成することを特徴とする前記(1) ～(9) のいずれか 1 つの静電荷像現像用トナーの製造方法。

【0 0 1 8】

(11) トナーとキャリアからなる静電荷像現像剤において、前記トナーとして前記(1) ～(9) のいずれか 1 つに記載の静電荷像現像用トナーを使用したことを特徴とする静電荷像現像剤。

【0 0 1 9】

(12) 静電潜像担持体上に静電潜像を形成する工程、現像剤担持体上の現像剤で前記静電潜像を現像してトナー画像を形成する工程、前記トナー画像を転写体上に転写する工程、及び転写体上のトナー画像を定着する工程を有する画像形成方法において、前記(11)記載の静電荷像現像剤を使用することを特徴とする画像形成方法。

【0 0 2 0】

(13) 転写工程で感光体上に残留したトナーを現像工程に回収・再使用する工程を設けたことを特徴とする前記(12)記載の画像形成方法。

(14)前記トナー画像を転写体上に転写するとき、一度中間転写体に転写した後、最終的な転写体上に転写することを特徴とする前記(12)又は(13)記載の画像形成方法。

(15)前記定着工程にオイルレス定着方式を算用することを特徴とする前記(12)～(14)のいずれか1つに記載の画像形成方法。

#### 【0021】

##### 【発明の実施の形態】

オイルを付与しない状態におけるロール定着方式では、トナー中の離型剤は、定着時の加熱圧縮により、トナー定着像と定着ロールの界面に効果的に滲み出すことが重要である。この滲み出しを確保するためには、トナー中の離型剤量を多くし、トナー中の離型剤ドメインサイズを大きくすることが有効であり、また、トナー中の離型剤の位置が重要になることが判明した。一方、高い転写効率を得るために、トナー表面に外添剤を多量に付与する場合がある。この場合は、外添剤により離型剤の滲み出しが抑制されるので、離型剤の機能を発揮させるためには、離型剤がトナー表面近傍に存在することが重要になる。他方、ワックスなど粘着性を有する離型剤がトナー表面に露出していると、外添剤はその部分に選択的に付着し、転写効率の悪化や現像性の悪化などの問題を引き起こす。

#### 【0022】

そこで、本発明者等は鋭意検討した結果、最良の離型剤構造は、離型剤のドメインが複数存在するトナーにおいて、トナー表面近傍に離型剤が凸状に存在しながら、結着樹脂の薄膜に覆われ、トナー表面には実質的に露出していない構造が、定着剥離性と転写、現像などの他の性能を両立する上で重要であることを見いだした。

即ち、本発明の静電荷像現像用トナーは、トナー表面に高さ0.05～2 $\mu$ mの突起を設け、突起には離型剤が内包され、かつX線光電子分光法で定量したトナー表面元素中、離型剤に起因する元素比率を10原子%以下に抑えることが重要になる。

#### 【0023】

突起の大きさは、トナーの断面を透過型電子顕微鏡で観察し、突起の周囲1 $\mu$

mをベースにして高さを測定したものであり、突起の高さが2  $\mu$ mを超えると、離型剤がトナー表面に露出しやすくなり、また、トナーの形状が球形から外れ、形状の歪みによる転写性、現像性に悪化が見られる。また、突起の高さが0.03  $\mu$ mより低いと、定着時に離型剤を効果的に滲み出させることができず剥離性を確保することが難しくなる。特に、外添剤を付与するときには、離型剤の滲み出しが抑制されるため、定着剥離性の悪化が顕著に見られる。なお、本発明において、「内包されている」とは、上記ベースより上部の突起内に離型剤の一部が入っていることをいう。本発明においては、全ての突起が離型剤を内包している必要はないが、好ましくは半分以上の突起に離型剤が内包されていることが望ましい。

#### 【0024】

トナー表面の離型剤の露出量は光電子分光法(XPS)で定量化することができる。この方法は、まず、トナーを構成する材料、即ち結着樹脂、着色剤、離型剤などの各個別のスペクトルを測定し、トナー粒子の測定から得たスペクトルを各個別のスペクトルでフィッティングすることにより、各トナー粒子における離型剤の表面露出率を定めるが、具体的には、XPSで測定した離型剤に起因する元素比率として求める。本発明では、この離型剤に起因する元素比率を10原子%以下に抑えることが重要である。これを超えると、転写性、現像性に問題を生ずるので好ましくない。この元素比率のより好ましい範囲は、8原子%以下である。

#### 【0025】

しかし、従来の混練粉碎法では、トナー中に離型剤をこのように配置することは不可能であった。

本発明者等は、凝集・溶融法でトナーを製造する研究の中で上記の構造のトナーの製造に成功した。凝集・溶融法は、樹脂粒子分散液、着色剤分散液及び離型剤分散液を混合し凝集させて凝集粒子分散液を調製した後、加熱して前記樹脂粒子を溶融してトナー粒子を形成するトナーの製造方法であるが、本発明者等は、溶融条件を調節すると、トナー表面に向けて離型剤粒子が移行してトナー表面に突起を形成し、かつ、離型剤の露出を実質的に抑制することに成功した。この溶

融条件は、離型剤や結着樹脂の種類や他の製造条件との関係で一律に特定することはできないが、前提が特定されれば溶融・一体化条件の選択は容易になしうることである。

## 【0026】

その中でも、樹脂粒子、離型剤粒子、顔料粒子などから凝集粒子を形成した後、その表面を樹脂粒子で覆いシェル層を形成した後、加熱溶融する方法は、上記のトナー構造を制御する上で極めて有効な方法である。

その際に、離型剤の融点、粘度、加熱温度、加熱時間の関係が上記のトナー構造を制御する上で重要な要因となり、通常、融点が高いほど、溶融粘度が小さいほど、加熱溶融する際の加熱温度が高いほど、また、加熱時間が長いほど、トナー表面への離型剤の移行速度が速くなり、移行量が多くなる。

## 【0027】

本発明の静電荷像現像用トナーにおいて、前記突起が多すぎると、外添剤でトナー表面を十分に被覆することができず、転写性、現像性を十分に確保することができなくなる。そこで、本発明では、外添剤が存在しない状態のトナーが、下記に示す表面性指標値を2.0以下に調整することが重要になる。

$$(\text{表面性指標値}) = (\text{比表面積実測値}) / (\text{比表面積計算値})$$

$$(\text{比表面積計算値}) = 6 \sum (n \times R^2) / \{ \rho \times \sum (n \times R^3) \}$$

(ただし、 $n$  = コールターカウンターにおけるチャンネル内の粒子数、 $R$  = コールターカウンターにおけるチャンネル粒径、 $\rho$  = トナー密度)

## 【0028】

トナーの体積平均粒度分布指標  $GSD_v$  は、下記式で表すことができ、本発明の  $GSD_v$  は1.25以下に調整することが好ましい。 $GSD_v$  が1.25を超えると、細線の荒れやべた画像の不均一など画質上の不都合が生ずる。なお、 $GSD_v$  の好ましい範囲は1.23以下である。

$$GSD_v = (D_{84v} / D_{16v})^{0.5}$$

(式中、 $D_{84v}$  = 体積累積分布が84%になる粒径 ( $\mu m$ )、 $D_{16v}$  = 体積累積分布が16%になる粒径 ( $\mu m$ ))

## 【0029】

また、トナーの形状係数  $S F 1$  は、下記式で表すことができ、本発明のトナーの形状係数  $S F 1$  は 1 0 0 ～ 1 4 0 の範囲にあることが好ましい。 $S F 1$  が 1 4 0 を超えると、転写効率の低下により、べた画像が不均一になるなどの不都合が生ずる。

$$S F 1 = (M L^2 / A) \times (\pi / 4) \times 1 0 0$$

(式中、 $M L$  はトナー粒子の絶対最大長、 $A$  はトナー粒子の投影面積)

#### 【 0 0 3 0 】

これらは、主に顕微鏡画像や走査電子顕微鏡画像を画像解析装置によって解析することによって数値化することができる。

また、本発明のトナーの体積平均粒径 ( $D_{50}$ ) は 2 ～ 1 0  $\mu m$  の範囲、好ましくは 3 ～ 8  $\mu m$  の範囲が適当である。

#### 【 0 0 3 1 】

本発明で使用する離型剤は、原理的には、公知のワックス全てが使用可能であるが、比較的低分子量の高結晶性ポリエチレンワックス、フィッシュートロプシユワックス、アミドワックス、ウレタン化合物など窒素を含有する極性ワックスなどが特に有効である。ポリエチレンワックスについては分子量が 1 0 0 0 以下のものが特に有効であり、3 0 0 ～ 1 0 0 0 の範囲がより好ましい。

#### 【 0 0 3 2 】

上記のウレタン結合を有する化合物は、低分子量であっても極性基による凝集力の強さにより、固体状態を保ち、融点も分子量のわりには高く設定できるので好適である。分子量の好ましい範囲は 3 0 0 ～ 1 0 0 0 である。原料は、ジイソシアン酸化合物類とモノアルコール類との組み合わせ、モノイソシアン酸とモノアルコールとの組み合わせ、ジアルコール類とモノイソシアン酸との組み合わせ、トリアルコール類とモノイソシアン酸との組み合わせ、トリイソシアン酸化合物類とモノアルコール類との組み合わせなど、種々の組み合わせを選択することができ、高分子量化させないために、必ず、他官能基と単官能基の化合物を組み合わせることが好ましく、また等価の官能基量となるようにすることが重要である。

#### 【 0 0 3 3 】

具体的な、原料化合物のうちモノイソシアン酸化合物としては、

- ①イソシアン酸ドデシル、イソシアン酸フェニル及びその誘導体、イソシアン酸ナフチル、イソシアン酸ヘキシル、イソシアン酸ベンジル、イソシアン酸ブチル、イソシアン酸アリルなど
- ②ジイソシアン酸化合物としては、ジイソシアン酸トリレン、ジイソシアン酸4、4'-ジフェニルメタン、ジイソシアン酸トルエン、ジイソシアン酸1、3-フェニレン、ジイソシアン酸ヘキサメチレン、ジイソシアン酸4-メチル-m-フェニレン、ジイソシアン酸イソホロンなど
- ③モノアルコールとしては、メタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール、ペンタノール、ヘキサノール、ヘプタノールなど

極く一般的なアルコール類を使用することが可能である。

【0034】

原料化合物のうちジアルコール類としては、

- ①エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、トリメチレングリコールなど多数のグリコール類、
- ②トリアルコール類としては、トリメチロールプロパン、トリエチロールプロパン、トリメタノールエタンなど

が使用可能であるが、必ずしもこの範囲に限定されない。

【0035】

これらのウレタン化合物類は、通常の離型剤のように、混練時に樹脂や着色剤とともに混合して、混練粉碎型トナーとしても使用できる。また、前記の乳化重合凝集溶融法トナーに用いる場合には、水中にイオン性界面活性剤や高分子酸や高分子塩基などの高分子電解質とともに分散し、融点以上に加熱してホモジナイザーや圧力吐出型分散機で強い剪断をかけて微粒子化し、1  $\mu$ m以下の離型剤粒子分散液を調製し、樹脂粒子分散液、着色剤分散液などとともに用いることができる。

【0036】

本発明で使用する着色剤としては、カーボンブラック、クロムイエロー、ハンザイエロー、ベンジジンイエロー、スレンイエロー、キノリンイエロー、パーメ

ネントオレンジGTR、ピラゾロンオレンジ、バルカンオレンジ、ウオッチヤングレッド、パーマネントレッド、ブリリアンカーミン3B、ブリリアンカーミン6B、デイボンオイルレッド、ピラゾロンレッド、リソールレッド、ローダミンBレーキ、レーキレッドC、ローズベンガル、アニリンブルー、ウルトラマリンブルー、カルコオイルブルー、メチレンブルークロライド、フタロシアニンブルー、フタロシアニングリーン、マラカイトグリーンオクサレレートなどの種々の顔料、また、アクリジン系、キサンテン系、アゾ系、ベンゾキノ系、アジン系、アントラキノ系、チオインジゴ系、ジオキサジン系、チアジン系、アゾメチン系、インジゴ系、チオインジゴ系、フタロシアニン系、アニリンブラック系、ポリメチン系、トリフェニルメタン系、ジフェニルメタン系、チアジン系、チアゾール系、キサンテン系などの各種染料など、着色剤を1種単独で使用してもよいし、複数種類を併せて使用してもよい。

#### 【0037】

本発明で使用する結着樹脂としては、スチレン、パラクロルスチレンなどのスチレン類；ビニルナフタレン、塩化ビニル、臭化ビニル、弗化ビニル、酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル、ベンゾエ酸ビニル、酪酸ビニルなどのビニルエステル類；アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸n-ブチル、アクリル酸イソブチル、アクリル酸ドデシル、アクリル酸n-オクチル、アクリル酸2-クロロエチル、アクリル酸フェニル、 $\alpha$ -クロルアクリル酸メチル、メタクリル酸メチル、メタクリル酸エチル、メタクリル酸ブチルなどのメチレン脂肪族カルボン酸エステル類；アクリロニトリル、メタクリロニトリル、アクリルアミドなどのビニルニトリル類；ビニルメチルエーテル、ビニルエチルエーテル、ビニルイソブチルエーテルなどのビニルエーテル類；N-ビニルピロール、N-ビニルカルバゾール、N-ビニルインドール、N-ビニルピロリドンなどのN-ビニル化合物類；メタクリル酸、アクリル酸、桂皮酸などのビニルカルボン酸類などビニル系モノマーの単独重合体やその共重合体、さらには各種ポリエステル類を使用することができ、各種ワックス類を併用することも可能である。

#### 【0038】

また、本発明のトナーには、内添剤、帯電制御剤、無機微粒子などを配合する



ことができる。

内添剤としては、フェライト、マグネタイト、還元鉄、コバルト、ニッケル、マンガン等の金属、合金、又はこれら金属を含む化合物などの磁性体を使用することができる。

#### 【 0 0 3 9 】

帯電制御剤としては、4級アンモニウム塩化合物、ニグロシン系化合物、アルミヤ、鉄、クロムなどの錯体からなる染料、トリフェニルメタン系顔料など通常使用される種々の帯電制御剤を使用することができる。なお、凝集、溶融時の安定性に影響するイオン強度の制御や、廃水汚染を減少する観点から水に溶解しにくい材料が好ましい。

#### 【 0 0 4 0 】

無機微粒子としては、シリカ、アルミナ、チタニア、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、リン酸三カルシウムなど、通常、トナー表面の外添剤を全て使用で、それらをイオン性界面活性剤や高分子酸、高分子塩基で分散して使用することが好ましい。

#### 【 0 0 4 1 】

乳化重合、シード重合、顔料分散、樹脂粒子分散、離型剤分散、凝集、さらには、それらの安定化などに界面活性剤を用いることができる。

例えば、硫酸エステル塩系、スルホン酸塩系、リン酸エステル系、せっけん系等のアニオン界面活性剤、アミン塩型、4級アンモニウム塩型等のカチオン系界面活性剤、またポリエチレングリコール系、アルキルフェノールエチレンオキサイド付加物系、多価アルコール系等の非イオン性界面活性剤を併用することも効果的である。

その際の分散手段としては、回転せん断型ホモジナイザーやメディアを有するボールミル、サンドミル、ダイノミルなどの一般的なものが使用可能である。

#### 【 0 0 4 2 】

##### 【実施例】

##### 〔実施例 1〕

##### ウレタン化合物 A の調製

ヘキサメレンチレンジイソシアネート (和光純薬)	2 0 8 g
n-プロピルアルコール (和光純薬)	1 4 8 . 8 g

上記の材料を 1 リットルセパラブルフラスコ中に秤取し、マグネットスターチップで攪拌しながら 8 5℃に保持した。約 3 時間で白濁し、4 時間で完全に固化した。その後も加熱し合計 6 時間 8 5℃に保持して反応を完全に終了させた。

セパラブルフラスコからウレタン化合物を取り出し、サンプルミルで粉状に粉碎した。これをウレタン化合物 A (分子量 2 8 8、融点 9 9 . 1℃: 示差走査熱量計におけるピーク値) とする。

#### 【 0 0 4 3 】

##### トナー粒子の調製

スチレン	7 5 重量部
n ブチルアクリレート	1 4 重量部
青顔料 (大日精化社製、P B 1 5 : 3)	5 重量部
ウレタン化合物 A	6 重量部

上記の材料を秤取し、ボールミルで 5 時間分散した後、重合開始剤としてベンゾイルパーオキサイドを 0 . 4 重量量添加し、分散液を調製した。そして、2 0 0 重量部の水中に、2 0 重量部の炭酸カルシウム (丸尾カルシウム社製、ルミナス) と上記分散液を添加し、丸型ステンレス製フラスコ中でホモジナイザー (I K A 社製、ウルトラタラックス T 5 0) で混合分散した後、加熱用オイルバスでフラスコを攪拌しながら 8 5℃まで加熱して 5 時間保持した。

その後、前記フラスコを密閉して 1 0 5℃まで加熱し、1 時間保持した後、冷却し、ろ過し洗浄した後、乾燥してサイアントナー粒子を得た。

#### 【 0 0 4 4 】

##### トナー粒子の物性

得られたトナー粒子の平均粒径は 7 . 5  $\mu$  m、体積平均粒度分布指標 G S D<sub>v</sub> は 1 . 3 2 であり、トナーの画像解析を行ったところ、形状係数 S F 1 が 1 2 2 であり、表面性指標は 1 . 5 0 であった。

このトナーの表面を走査型電子顕微鏡と透過電子顕微鏡とで観察したところ、トナー表面に高さ 0 . 4  $\mu$  m の突起が認められ、透過電子顕微鏡で観察したとこ

ろ、トナー内部に複数の離型剤ドメインが存在することがわかった。また、上記突起の内側に離型剤が存在することがわかった。また、XPSを用いて離型剤に起因するトナー表面のチッソ原子比率（離型剤の露出率に相当）を定量したところ5原子%と低い値を示した。

【0045】

#### 現像剤の調製

このトナーにキャボット社製のシリカTS720を1.2重量%混合して外添トナーを得た。他方、平均粒径50 $\mu$ mのフェライトコアにポリメチルメタクリレート（総研化学製）を1重量%被覆してコートキャリアを得た。この外添トナーとコートキャリアを混合してトナー濃度が6.0重量%の現像剤を作製した。

【0046】

#### 現像剤の評価

富士ゼロックス社製複写機DP1250に、フッ素樹脂の表面層を有する熱定着ロールを組み込んだ改造機に、上記の現像剤を適用して画質評価を行ったところ、鮮明で、かぶりのない画像が得られた。また、べた画像では若干画像濃度にむらが見られるものの、実用上問題のない範囲であった。

【0047】

前記熱定着ロールの定着温度を120℃から240℃に変化させて、定着ロールへの巻きつきと、熱定着ロールからの剥離性を調べたところ、低温度域でわずかに定着ロールへの巻きつき傾向がみられたものの、実用上問題のない剥離性を示し、ウエス摺擦により、定着度を確認したところ、150℃から十分な定着度を示し、150℃を最低定着温度と判断した。また、高温オフセットは200℃を超えると、僅かに発生することが認められた。

【0048】

（実施例2）

#### 樹脂粒子分散液(1)の調製

スチレン	320 g
nブチルアクリレート	80 g
アクリル酸	6 g

ドデカンチオール 3 g

4 臭化炭素 4 g

上記成分を予め混合し溶解して溶液を調製しておき、非イオン性界面活性剤ノニポール 4 0 0 (三洋化成製) 6 g、及び、アニオン性界面活性剤ネオゲン S C (第一工業製薬製) 1 0 g をイオン交換水 5 5 0 g に溶解した界面活性剤溶液をフラスコに収容し、上記の溶液を投入して分散し乳化して 1 0 分間ゆっくりと混合しながら、過硫酸アンモニウム 4 g を溶解したイオン交換水 5 0 g を投入し、窒素置換を行った。その後、フラスコ内を攪拌しながらオイルバスで内容物が 7 0 °C になるまで加熱し、5 時間そのまま乳化重合を継続して樹脂粒子分散液(1)を得た。樹脂粒子分散液(1) から樹脂粒子を分離して特性を調べたところ、中心径は 1 8 0 n m、ガラス転移点は 5 4 . 5 °C、重量平均分子量 M<sub>w</sub> は 3 8 0 0 0、数平均分子量 M<sub>n</sub> は 1 0 5 0 0 であった。

#### 【 0 0 4 9 】

##### 顔料分散液(1) の調製

青顔料：銅フタロシアニン (大日精化社製、P B 1 5 : 3) 5 0 g

アニオン性界面活性剤 (第一工業製薬製、ネオゲン S C) 5 g

イオン交換水 2 0 0 g

上記成分を混合して溶解し、ホモジナイザー (I K A 社製、ウルトラタラックス) と超音波照射機を用いて分散し、中心径 1 4 0 n m の青顔料分散液(1)を得た。

#### 【 0 0 5 0 】

##### 離型剤分散液(1) の調製

ポリエチレンワックス 5 0 g

(東洋ペトロライト社製、ポリワックス 7 2 5)

アニオン性界面活性剤 (第一工業製薬製、ネオゲン S C) 5 g

イオン交換水 2 0 0 g

上記成分を 1 0 5 °C に加熱し、ホモジナイザー (I K A 社製、ウルトラタラックス T 5 0) で分散した後、圧力吐出型ホモジナイザーでさらに分散処理し、中心径 1 7 0 n m の離型剤分散液(1)を得た。

## 【 0 0 5 1 】

凝集粒子の作製

樹脂粒子分散液(1)	2 0 0 g
顔料分散液(1)	3 0 g
離型剤分散液(1)	4 0 g
ポリ塩化アルミニウム 1 0 重量%水溶液 (浅田化学社製)	1. 5 g

上記成分を丸型ステンレス製フラスコ中でホモジナイザー (I K A社製、ウルトラタラックス T 5 0) で混合分散した後、加熱用オイルバスでフラスコを攪拌しながら 5 0℃まで加熱した。5 0℃で 3 0分保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径は約 5. 5  $\mu$ m の凝集粒子が生成していることが確認された。この凝集粒子分散液に樹脂分散液(1) を緩やかに 1 0 0 g 追加し、さらに加熱用オイルバスの温度を上げて 5 2℃で 1 時間保持して凝集粒子分散液を得た。

光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径は約 6. 0  $\mu$ m の凝集粒子が生成していることが確認された。

## 【 0 0 5 2 】

トナー粒子の作製

この凝集粒子分散液に 1 N 水酸化ナトリウムを 1 5 g 追加し、攪拌を継続しながら 9 6℃まで加熱して 6 時間保持した。その後、冷却し、ろ過し、イオン交換水で充分洗浄してトナー粒子を得た。コールターカウンターでトナー粒子の平均粒径を測定すると 6. 0  $\mu$ m であった。

## 【 0 0 5 3 】

トナー粒子の物性

得られたトナー粒子の体積平均粒度分布指標 G S D<sub>v</sub> は 1. 2 5 であり、形状係数 S F 1 は 1 2 0 でほぼ球形であり、表面性指標は 1. 4 0 であった。このトナーの表面を走査型電子顕微鏡と透過電子顕微鏡とで観察すると、それぞれのトナー表面に高さ 0. 8  $\mu$ m の突起が認められ、透過型電子顕微鏡で観察すると、突起の内側に離型剤が存在することがわかった。

また、X P S を用いて、離型剤に起因するトナー表面の離型剤カーボンの原子比率を定量したところ 4. 0 原子%と低い値を示した。

【 0 0 5 4 】

現像剤の調製

このトナー粒子にキャボット社製シリカTS720を2重量%添加混合して外添トナーを得た。他方、平均粒径 $50\mu\text{m}$ のフェライトコアにポリメチルメタクリレート（総研化学製）を1重量%被覆してコートキャリアを得た。そして、トナー濃度が8重量%となるように、上記の外添トナーとコートキャリアを調製し混合して現像剤を得た。

【 0 0 5 5 】

現像剤の評価

富士ゼロックス社製複写機DP1250に、フッ素樹脂の表面層を有する熱定着ロールを組み込んだ改造機に、上記の現像剤を適用して画質評価を行ったところ、鮮明で、かぶりのない画像が得られた。また、べた画像の濃度の均一性もきわめて良好であった。さらに、トナー濃度を増加させて背景部かぶりが顕著となるかぶり出しトナー濃度を調べたところ10%であり、きわめて広いトナー濃度使用可能範囲があることがわかった。

【 0 0 5 6 】

前記のフッ素樹脂の表面層を有する熱定着ロールの定着温度を $120^{\circ}\text{C}$ から $240^{\circ}\text{C}$ に変化させて、熱定着ロールからの剥離性を調べたところ、全温度領域で完璧な剥離性を示した。ウエス摺擦により、定着度を確認したところ、 $130^{\circ}\text{C}$ から十分な定着度を示し、 $130^{\circ}\text{C}$ を最低定着温度と判断した。また、高温オフセットは $220^{\circ}\text{C}$ を超えると、僅かに発生することが認められた。

【 0 0 5 7 】

## 〔比較例1〕

実施例2のトナー粒子の製造において、凝集粒子分散液を調製した後、フラスコ中で溶融する温度を $90^{\circ}\text{C}$ とし、4時間保持して溶融一体化を行い、トナー粒子を得た。

得られたトナー粒子は、体積平均粒径 $D_{50}$ が $5.9\mu\text{m}$ 、体積平均粒度分布指標 $GSD_v$ が1.25、形状係数 $SF1$ は1.25の、球形トナー粒子が得られ、表面性指標は1.20であった。

## 【0058】

このトナー粒子表面を走査型電子顕微鏡と透過電子顕微鏡とで観察すると、トナー表面に高さ約0.02  $\mu\text{m}$ の突起が認められたが、突起内部に離型剤を確認することはできず、透過電子顕微鏡観察では、トナー内部に離型剤が均一に分散していることが確認された。

また、XPSを用いて、離型剤に起因するトナー表面の離型剤カーボンの原子比率を定量したところ1.8原子%であった。

## 【0059】

このトナー粒子にキャボット社製シリカTS720を2重量%添加混合して外添トナーを得た。また、平均粒径50  $\mu\text{m}$ のフェライトコアにポリメチルメタクリレート（総研化学製）を1重量%被覆してコートキャリアを得た。そして、トナー濃度が8重量%となるように、外添トナーとコートキャリアを調整し、混合した現像剤を作成した。

## 【0060】

現像剤の評価

富士ゼロックス社製複写機DP1250に、フッ素樹脂の表面層を有する熱定着ロールを組み込んだ改造機に、上記の現像剤を適用して画質評価を行ったところ、鮮明で、かぶりのない画像が得られた。また、べた画像の濃度の均一性もきわめて良好であった。さらに、トナー濃度を増加させて背景部かぶりが顕著となるかぶり出しトナー濃度を調べたところ10%であり、きわめて広いトナー濃度使用可能範囲であることがわかった。

## 【0061】

しかし、前記のフッ素樹脂の表面層を有する熱定着ロールの定着温度を120℃から240℃に変化させて、定着ロールへの巻きつきを調べたところ、全温度領域で巻きつき挙動を示し、最低定着温度の評価を行うことが困難であった。また、高温オフセットも、180℃以上で顕著な発生が認められた。

## 【0062】

## 〔実施例3〕

樹脂粒子分散液(2)の調製

スチレン	2 9 0 g
n ブチルアクリレート	1 1 0 g
アクリル酸	6 g
ドデカンチオール	4 g
4 臭化炭素	2 g
ジビニルベンゼン	0 . 4 g

上記成分を予め混合し溶解して溶液を調製しておき、非イオン性界面活性剤ノニポール 4 0 0 (三洋化成製) 6 g、及び、アニオン性界面活性剤ネオゲン S C (第一工業製薬製) 1 2 g をイオン交換水 5 5 0 g に溶解した界面活性剤溶液をフラスコに収容し、上記の溶液を投入して分散し乳化して 1 0 分間ゆっくりと混合しながら、過硫酸アンモニウム 4 g を溶解したイオン交換水 5 0 g を投入し、窒素置換を行った。その後、フラスコ内を攪拌しながらオイルバスで内容物が 7 0 °C になるまで加熱し、5 時間そのまま乳化重合を継続して樹脂粒子分散液(2)を得た。樹脂粒子分散液(2) から樹脂粒子を分離して特性を調べたところ、中心径は 1 6 0 nm、ガラス転移点は 5 0 . 5 °C、重量平均分子量 M<sub>w</sub> は 5 5 0 0 0、数平均分子量 M<sub>n</sub> は 1 0 2 0 0 であった。

## 【 0 0 6 3 】

顔料分散液(2) の調製

黄色顔料 (クラリアントジャパン社製、P Y 1 8 0)	5 0 g
アニオン性界面活性剤 (第一工業製薬製、ネオゲン S C)	4 g
イオン交換水	2 0 0 g

上記成分を混合して溶解し、ホモジナイザー (I K A 社製、ウルトラタラックス) と超音波照射機を用いて分散し、中心径 1 8 5 nm の青顔料分散液(2)を得た。

## 【 0 0 6 4 】

離型剤分散液(2) の調製

パラフィンワックス (日本精ロウ社製、H N P 0 1 9 0)	5 0 g
アニオン性界面活性剤 (第一工業製薬製、ネオゲン S C)	5 g
イオン交換水	2 0 0 g



上記成分を90℃に加熱し、ホモジナイザー（IKA社製、ウルトラタラックスT50）で分散した後、圧力吐出型ホモジナイザーでさらに分散処理し、中心径140nmの離型剤分散液(2)を得た。

## 【0065】

凝集粒子の作製

樹脂粒子分散液(2)	200g
顔料分散液(2)	30g
離型剤分散液(2)（約10%相当）	50g
ポリ塩化アルミニウム10重量%水溶液（浅田化学）	1.5g

上記成分を丸型ステンレス製フラスコ中でホモジナイザー（IKA社製、ウルトラタラックスT50）で混合分散した後、加熱用オイルバスでフラスコを攪拌しながら45℃まで加熱した。45℃で30分保持した後、光学顕微鏡にて観察すると約4μmの凝集粒子が生成していることが確認された。この凝集粒子分散液に樹脂粒子分散液(1)を緩やかに100g追加し、さらに加熱用オイルバスの温度を上げて48℃で1時間保持して凝集粒子分散液を調製した。

光学顕微鏡にて観察すると、約5.0μmの凝集粒子が生成していることが確認された。

## 【0066】

トナー粒子の作製

この凝集粒子分散液に1N水酸化ナトリウムを15g追加し、攪拌を継続しながら98℃まで加熱し、6時間保持した。その後、冷却し、ろ過し、イオン交換水で充分洗浄してトナー粒子を得た。コールターカウンターでトナー粒子の平均粒径を測定すると5.0μmであった。

## 【0067】

トナー粒子の物性

得られたトナー粒子の体積平均粒度分布指標GSD<sub>v</sub>は1.20であり、形状係数SF1は1.16とほぼ球形であり、また、表面性指標は1.16であった。

このトナーの表面を走査型電子顕微鏡と透過電子顕微鏡とで観察すると、トナー表面に高さ1.5μmの比較的大きな突起が認められ、透過電子顕微鏡観察で

観察するとトナー内部に複数の離型剤ドメインが存在することがわかった。また、突起の内側に離型剤が存在することがわかった。

また、XPSを用いて、離型剤に起因するトナー表面の離型剤カーボンの原子比率を定量したところ8.0原子%と低い値を示した。

【0068】

#### 現像剤の調製

このトナー粒子にキャボット製シリカTS720を1.5重量%添加混合して外添トナーを得た。他方、平均粒径50 $\mu$ mのフェライトコアにポリメチルメタクリレート（総研化学製）を1重量%被覆してコートキャリアを得た。そして、トナー濃度が8重量%となるように、上記の外添トナーとコートキャリアを調整し混合して現像剤を得た。

【0069】

#### 現像剤の評価

富士ゼロックス社製DP1250にフッ素樹脂の表面層を有する熱定着ロールを組み込んだ改造機に、上記の現像剤を適用して画質評価を行ったところ、鮮明な、かぶりのない画像が得られた。また、べた画像の濃度均一性もきわめて良好であった。さらに、トナー濃度を増加させて背景部かぶりが顕著となるかぶり出しトナー濃度を調べたところ9%であり、広いトナー濃度使用可能範囲があることがわかった。

【0070】

前記のフッ素樹脂の表面層を有する熱定着ロールの定着温度を120℃から240℃に変化させて、熱定着ロールからの剥離製を調べたところ、全温度領域で完璧な剥離性を示した。ウェス摺擦により、定着度を確認したところ、125℃から十分な定着度を示し、125℃を最低定着温度と判断した。また、高温オフセットは、240℃以上でわずかな発生がみられたが、定着可能温度範囲は115℃ときわめて広いものであった。

【0071】

#### 〔比較例2〕

実施例2のトナー粒子の製造において、凝集粒子分散液を調製した後、フラス

コを密閉し、加圧下で熔融温度を102℃とし、pH9.0に設定し、通常のpH6.0付近よりも高めに調整して6時間保持し、熔融してトナー粒子を得た。

得られたトナー粒子は、体積平均粒径 $D_{50}$ が5.1  $\mu\text{m}$ 、体積平均粒度分布指標GSD $v$ が1.22、形状係数SF1が130の球形粒子が得られ、表面性指標は2.10であった。

#### 【0072】

このトナー粒子表面を走査型電子顕微鏡と透過電子顕微鏡とで観察すると、それぞれのトナー表面に高さ2.5  $\mu\text{m}$ の大きな突起が認められ、透過電子顕微鏡観察では、突起内部がほぼ離型剤であることがわかった。

しかし、XPSを用いて、離型剤に起因する表面の離型剤カーボンの原子比率を定量したところ、12.5原子%と大きな値を示し、離型剤が大量に露出していることがわかった。

#### 【0073】

このトナー粒子にキャボット製シリカTS720を1.5重量%添加混合して外添トナーを得た。また、平均粒径50  $\mu\text{m}$ のフェライトコアにポリメチルメタクリレート（総研化学製）を1重量%被覆してコートキャリアを得た。そして、トナー濃度が8重量%となるように、外添トナーとコートキャリアを調整し、混合して現像剤を作成した。

#### 【0074】

富士ゼロックス社製複写機DP1250にフッ素樹脂の表面層を有する熱定着ロールを組み込んだ改造機に、上記の現像剤を適用して画質評価を行ったところ、鮮明であったが、初期より画像にかぶりが認められ、べた画像の濃度均一性についても、かなり著しい濃度むらが観察された。また、トナー濃度を減少させて背景部かぶりが消滅するかぶり出しトナー濃度を調べたところ6%であり、トナー濃度の使用上限がかなり低いことがわかった。

#### 【0075】

前記のフッ素樹脂の表面層を有する熱定着ロールの定着温度を120℃から240℃に変化させて、定着ロールへの巻きつきを調べたところ、全温度領域で完璧な剥離性を示した。ウェス摺擦により、定着度を確認したところ、125℃か

ら十分な定着度を示し、125℃を最低定着温度と判断した。また、高温オフセットは、240℃以上でわずかな発生がみられたが、定着可能温度範囲としては良好だった。しかし、画像濃度が非常に不均一であり、かぶりも極めて顕著であった。

【0076】

【表1】

	実施例1	実施例2	比較例1	実施例3	比較例2
トナーの製法	懸濁重合法	凝集熔融法	凝集熔融法	凝集熔融法	凝集熔融法
体積平均粒径 $D_{50}$	7.5	6.0	5.9	5.0	5.1
GSD $v$	1.32	1.25	1.25	1.20	1.22
突起の高さ( $\mu m$ )	0.4	0.8	0.02	1.5	2.5
SF1	122	120	125	116	130
表面性指標	1.50	1.40	1.20	1.16	2.10
離型剤元素表面比率	5.0	4.0	1.8	8.0	12.5
外添剤量(wt%)	1.2	2.0	2.0	1.5	1.5
定着剥離性	○	◎	×	◎	◎
高温オフセット温度(℃)	200	220	180	240	240
最低定着温度(℃)	150	130	—	125	125
かぶり出しトナー濃度(%)	12	10	10	9	5
べた画像均一性	△	◎	◎	◎	×

【0077】

(評価基準)

剥離性

- ◎：全評価温度範囲で問題なし
- ：温度によってわずかに巻きつき傾向あるがほぼ問題なし
- ×：剥離不可能温度が存在する

べた画像均一性

- ◎：画像むらがまったくみとめられない
- ：わずかに画像むらがあるが実用上は問題なし
- △：若干画像むらがみられるが許容範囲である
- ×：著しい画像むらがみられ許容できない

【0078】

【発明の効果】

本発明は、前記の構成を採用することにより、オイルレス定着方式を採用しても、定着剥離性と転写・現像性の両立を可能にし、また、最低定着温度を低くすることができ、高温オフセットを防止することができ、良好な画像保存性を有し、高画質の画像の提供を可能にした。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】

【解決手段】 少なくとも樹脂、着色剤及び離型剤を含有する静電荷像現像用トナーにおいて、トナー表面に高さ0.05～2 $\mu$ mの突起を有し、該突起は離型剤を内包し、かつX線光電子分光法で定量したトナー表面元素中、離型剤に起因する元素比率が10原子%以下である静電荷像現像用トナー、及びその製造方法、静電荷像現像剤、並びに画像形成方法である。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2000-268679
受付番号	50001132441
書類名	特許願
担当官	第二担当上席 0091
作成日	平成12年 9月 6日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成12年 9月 5日
-------	-------------

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000005496]

1. 変更年月日 1996年 5月29日  
[変更理由] 住所変更  
住 所 東京都港区赤坂二丁目17番22号  
氏 名 富士ゼロックス株式会社